

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
14. Februar 2002 (14.02.2002)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 02/11928 A1

(51) Internationale Patentklassifikation⁷: B22F 3/105

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/DE01/02885

(22) Internationales Anmeldedatum:
27. Juli 2001 (27.07.2001)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:
100 39 143.5 7. August 2000 (07.08.2000) DE

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US): **FRAUNHOFER-GESELLSCHAFT ZUR FÖRDERUNG DER ANGEWANDTEN FORSCHUNG E.V.** [DE/DE]; Leonrodstrasse 54, 80636 München (DE).

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): **SIMCHI, Abdolreza** [IR/IR]; No. 172 Farshbaf Alley, Nabard Street, Pirozi Avenue, IR-17658 Teheran (IR). **PETZOLDT, Frank** [DE/DE]; Feuerspornweg 30, 27578 Bremerhaven (DE). **POHL, Haiko** [DE/DE]; Schaafgegend 35, 28757 Bremen (DE). **LÖFFLER, Holger** [DE/DE]; Gerberstrasse 3, 99089 Erfurt (DE).

(81) Bestimmungsstaaten (national): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DK, DM, DZ, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZW.

(84) Bestimmungsstaaten (regional): ARIPO-Patent (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZW), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR), OAPI-Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht:

- mit internationalem Recherchenbericht
- vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche geltenden Frist; Veröffentlichung wird wiederholt, falls Änderungen eintreffen

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.

alpine Hinweis auf Seite 8 !

(54) Title: METHOD FOR THE PRODUCTION OF PRECISE COMPONENTS BY MEANS OF LASER SINTERING

(54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG PRÄZISER BAUTEILE MITTELS LASERSINTERN

(57) Abstract: The invention relates to a method for the production of precise components by means of laser sintering of a powdered material, comprising a mixture of at least two powdered elements. The invention is characterised in that the powder mixture comprises the major component iron powder and further powdered alloying elements, present in elemental, pre-alloyed or partially pre-alloyed form and that during the laser sintering process a powder alloy arises from the powder elements. The following powdered alloying elements, either alone or in any combination are added to the iron powder: carbon, silicon, copper, tin, nickel, molybdenum, manganese, chromium, cobalt, tungsten, vanadium, titanium, phosphorus or boron. The produced components are subjected to the following treatment steps, individually or in any combination; homogenisation, stress-relief tempering, heat treatment, removal of internal faults and improvement of the surface quality.

(57) Zusammenfassung: Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur Herstellung präziser Bauteile durch Lasersintern eines Pulvermaterials, das aus einer Mischung von mindestens zwei Pulverelementen besteht und ist dadurch gekennzeichnet, dass die Pulvermischung durch den Hauptbestandteil Eisenpulver und weitere Pulverlegierungselemente gebildet ist, die in elementarer, vorlegierter oder teilweise vorlegierter Form vorliegen, und dass im Verlaufe des Lasersinterprozesses aus diesen Pulverelementen eine Pulverlegierung entsteht. Es werden folgende Pulverlegierungselemente, jedes für sich oder in beliebiger Kombination dem Eisenpulver zugegeben: Kohlenstoff, Silizium, Kupfer, Zinn, Nickel, Molybdän, Mangan, Chrom, Kobalt, Wolfram, Vanadium, Titan, Phosphor, Bor. Die hergestellten Bauteile werden folgenden Nachbehandlungsschritten, die einzeln oder in beliebiger Kombination eingesetzt werden, unterzogen: Homogenisierung, Spannungsarmglühen, Wärmebehandlung, Abbau innerer Fehlstellen und Verbesserung der Oberflächengüte.



WO 02/11928 A1

Verfahren zur Herstellung präziser Bauteile mittels Lasersintern

Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung präziser Bauteile gemäß dem Oberbegriff des Hauptanspruchs.

Ein derartiges Verfahren ist aus der EP 0 782 487 bekannt. Danach wird ein Bauteil nach dem Verfahren des Lasersinterns durch Sintern von Metallpulvermischungen mit drei Komponenten hergestellt. Dabei ist das wichtigste Ziel der Erfindung die Erhöhung der Schmelztemperatur des fertigen Bauteiles.

Bei der Herstellung von metallischen Bauteilen aus konventionellen Pulvermischungen besteht das Problem, dass die Porosität der hergestellten Bauteile relativ hoch ist. Werden die Bauteile mit einem Stahlpulver hergestellt, kann eine Dichte von ca. 90% der theoretischen Dichte erreicht werden. In den lasergesinterten Teilen aus Bronze verbleibt eine Restporosität von ca. 30 %. Bei Erhöhung der Dichte der fertigen Bauteile z.B. durch Infiltration sinkt die Einsatztemperatur auf ca. 180°C. Weitere Nachteile der konventionellen Pulvermischungen bestehen in den erreichbaren mechanischen Eigenschaften des Bauteiles. Die thermischen Spannungen, die während des Lasersinterprozesses im Bauteil entstehen, bleiben als Eigenspannungen erhalten und führen zu einer Rissbildung an bestimmten Stellen, wie z. B. starken Querschnittübergängen.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, metallische Bauteile im Verfahren des Lasersinterns kostengünstig mit sehr guten mechanischen Eigenschaften und in hoher Qualität herzustellen.

Diese Aufgabe wird durch ein Verfahren mit den Merkmalen des Anspruchs 1 gelöst. Die Unteransprüche stellen vorteilhafte Weiterbildungen dar.

Danach besteht die Pulvermischung mit der im Verfahren des Lasersinterns Bauteile hergestellt werden sollen, aus dem Hauptbestandteil Eisen und weiteren Pulverbestandteilen, die in elementarer, vorlegierter oder in teilweise vorlegierter Form vorliegen können. Aus diesen Pulverlegierungselementen entsteht im Verlaufe des Lasersinterprozesses innerhalb von Millisekunden eine Pulverlegierung aus der das Bauteil besteht. Dabei wird die Pulvermischung/Legierung in einen Temperaturbereich nahe/oberhalb des Schmelzpunktes erwärmt, versintert und durch anschließendes sehr schnelles Abkühlen in einen metastabilen Zustand überführt. Dieser metastabile Zustand ist wesentlich für die Durchführung einer darauffolgenden Nachbehandlung, welche die Eigenschaften sowohl des Werkstoffes als auch der daraus hergestellten Bauteile entscheidend verbessert. Die Nachbehandlung besteht aus folgenden Schritten, die einzeln oder in Kombination durchgeführt werden können: Verdichtung, Homogenisierung, Spannungsarmglühung, Wärmebehandlung, Abbau innerer Fehlstellen, Verbesserung der Oberflächengüte.

Dem Hauptbestandteil Eisen der Pulvermischung werden je nach Anforderungen an das Fertigbauteil oder das Herstellungsverfahren folgende weitere Pulverelemente einzeln oder in beliebiger Kombination zugegeben: Kohlenstoff C, Silizium Si, Kupfer Cu, Zinn Sn, Nickel Ni, Molybdän Mo, Mangan Mn, Chrom Cr, Kobalt Co, Wolfram W, Vanadium V, Titan Ti, Phosphor P, Bor B.

Diese Pulverbestandteile können einzeln oder in beliebiger Kombination, je nach Anforderungen an die Eigenschaften des Fertigbauteils oder des Herstellungsverfahrens, in folgenden Mengen zugegeben werden: Kohlenstoff C: 0,01-2 M.-%, Silizium Si: bis zu 1 M.-%, Kupfer Cu: bis zu 10 M.-%, Zinn Sn: bis zu 2 M.-%, Nickel Ni: bis zu 10 M.-%, Molybdän Mo: bis zu 6 M.-%, Mangan Mn: bis zu 2 M.-% oder 10 - 13 M.-%, Chrom Cr: bis zu 5 M.-% oder 12 - 18 M.-%, Kobalt Co: bis zu 2 M.-%, Wolfram W bis zu 5 M.-%, Vanadium V: bis zu 1 M.-%, Titan Ti: bis zu 0,5 M.-%, Phosphor P: bis zu 1 M.-%, Bor B: bis zu 1 M.-%.

Die Erfindung sieht vor, dass die einzelnen Pulverbestandteile in elementarer, legierter oder teilweise legierter Form vorliegen. Dabei kann es sich um Pulverteilchen handeln, die mit dem Hauptbestandteil Eisen legiert sind. In diesem Fall liegen sie als z.B. Ferrobor, Ferrochrom, Ferrophosphor, oder Eisen-silizid vor. Es können auch weitere Pulverelemente in legierter oder vorlegierter Form zugegeben werden, wie z.B. Kupfer-

phosphid, die aber im übrigen hier nicht einzeln aufgezählt werden. Es ist auch vorgesehen, dass die aus den o.g. Pulverbestandteilen gebildete Pulvermischung in einem separaten Verfahrensschritt vorlegiert wird.

Gemäß einer vorteilhaften Ausgestaltung der Erfindung besteht die Pulvermischung aus wasser - oder gasverdüsteten Pulvern, Karbonylpulvern, gemahlenen Pulvern oder einer Kombination aus diesen.

Es ist vorgesehen, dass die Pulverpartikel der Pulvermischung eine Größe $< 50 \mu\text{m}$, bevorzugt zwischen $20\text{--}30 \mu\text{m}$ aufweisen.

In einer vorteilhaften Ausgestaltung der Erfindung ist auch vorgesehen, dass die Pulverpartikelgröße zwischen 50 und $\text{max. } 100 \mu\text{m}$ liegen kann. Diese Partikelgröße ist dann besonderes vorteilhaft, wenn die Bauteile schnell hergestellt werden sollen, d.h. wenn die Pulverschichten im Lasersinterverfahren eine Schichtdicke von $\text{max. } 100 \mu\text{m}$ aufweisen, bei welcher Schichtdicke das Verfahren relativ schnell durchgeführt werden kann.

Es hat sich herausgestellt, dass eine Partikelverteilung von 30% $< 20 \mu\text{m}$ und einer Restmenge aus Partikeln der Größe zwischen 20 und $60 \mu\text{m}$ zu besonderen guten Verfahrensergebnissen führt, da dadurch hohe Schüttdichte bei gleichzeitig guter Fließfähigkeit erreicht wird.

Gemäß der vorteilhaften Ausgestaltung nach Anspruch 9 ist vorgesehen, dass der Hauptbestandteil der Pulvermischung, das Eisenpulver einen Anteil zwischen 5 und 20% von Partikeln der Größe $< 10 \mu\text{m}$ und die Restmenge der Pulverpartikel eine Größe zwischen 50 und $60 \mu\text{m}$ aufweist.

Durch die optimierte Wahl der Belichtungsparameter kann die Dichte der Bauteile nach dem Lasersintern so eingestellt werden, dass entweder kurze Bauzeiten mit niedrigerer Bauteildichte oder hohe Eigenschaftsanforderungen (hohe Dichten bei längeren Bauzeiten) berücksichtigt werden. Bei sehr hohen Anforderungen hinsichtlich Temperatur und Verschleiß kann nun durch eine gezielte Nachbehandlung (Sintern, Infiltration, HIP) die Restporosität beseitigt werden. Dabei bleibt der Temperatureinsatzbereich unverändert oder wird verbessert. Gleichzeitig können durch die Wärmebehandlung/Sinterung die Eigenspannungen beseitigt und dadurch die Bauteilqualität ge-

steigert werden. Bei der Herstellung der Bauteile im Lasersinterverfahren wird die minimale Dichte durch die notwendige Teilefestigkeit bestimmt. Sie muss so hoch sein, dass einerseits das Teil auf der Bauplattform fixiert bleibt und andererseits die Durchführung einer Nachbehandlung möglich ist. Die obere Grenze der Dichte wird von dem Werkstoff und den gewünschten Eigenschaften bestimmt. Außerdem werden ökonomische Belange berücksichtigt. Z. B. konnte bereits gezeigt werden, dass durch geeignete Wahl der Pulvercharakteristik und der chemischen Zusammensetzung des Werkstoffsystems lasergesinterter Teile mit Dichten 92 % der theoretischen Dichte hergestellt werden konnten. Dabei handelt es sich um einen niedriglegierten Stahl, bei dem die Baurate $5,4 \text{ cm}^3/\text{h}$ betrug. Höhere Bauraten können eingestellt werden, wenn ökonomische Belange eine größere Rolle als die Bauteileigenschaften spielen. Um Kosten zu sparen, kann daher ein Teil mit höherer Baurate bei niedrigerer lasergesinterter Dichte hergestellt werden. Die notwendige Dichte kann durch eine Nachbehandlung erzielt werden.

Die einzelnen Verfahrensschritte der Nachbehandlung werden im Folgenden näher erläutert:

Verdichtung: Lasergesinterter Bauteile können direkt mit unterschiedlichen Dichten hergestellt werden. Jedoch haben innere Poren einen negativen Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften eines Bauteils. Daher ist die Reduzierung der Restporosität eine Möglichkeit, das Einsatzfeld lasergesinterter Teile zu erweitern. Dieses Ziel kann durch eine Nachbehandlung mit unterschiedlichen Schritten erreicht werden. Die Schritte beinhalten a) konventionelles Sintern, b) Infiltration oder c) isostatisches Verdichten. Beim Sintern können verschiedene Mechanismen aktiviert werden, z. B. Festkörpersintern und/oder Flüssigphasensintern. Ein Drucksintern ist ebenso anwendbar. Lasergesinterter Strukturen aus Stahl können besonders gut durch eine Kombination aus Festkörper- und Flüssigphasensintern verdichtet werden. Lasergesinterter Stahlpulvergemische weisen eine hohe Inhomogenität auf. Starke Mikro- und Makrosegregationen entstehen während der Belichtung mit dem Laserstrahl als Folge von Schockerwärmung und -abkühlung. Dadurch werden manche Legierungselemente, wie z. B. Kupfer, nicht vollständig im Stahlgefüge gelöst. Weiterhin entstehen niedrigschmelzende Phasen, wie z. B. die Eutektika von Fe-C, Fe-B, Fe-P. Wird nun ein lasergesinterter Bauteil aus Stahl in einem dazu geeigneten Ofen mit einer typischen Heizrate von 10 K/min erwärmt, kann sich eine flüssige Phase zwischen festen laser-

gesinterten Strukturen bilden. Einige ungelöste Legierungselemente (Kupfer) schmelzen und führen ebenfalls zu einer Verdichtung. Segregationen von Legierungselementen innerhalb von Teilchen oder an Korngrenzen können zur Bildung einer diffusiven Flüssigphase führen (Supersolidus-Sintern). Am Beispiel eines Stahls aus (Angaben in M.-%, Rest Fe) 0,9-1,2C - 1-2Cu - 0-1,5Mo - 0-2Ni - 0,15B konnte diese Methode erfolgreich nachgewiesen werden. So kam es zur Bildung einer ersten Schmelze bei einer Temperatur von 1090 °C, welche auf das Schmelzen von Kupfer zurückzuführen ist. Innerhalb der Teilchen kam es bei einer Temperatur von 1135 °C zur Bildung einer zweiten flüssigen Phase durch eine eutektische Phase des Systems Fe-C. 100 % Dichte kann durch geeignete Pulvereigenschaften (Pulverkorngröße, Zusammensetzung), Lasersinterparameter (Laserenergie, Laserscangeschwindigkeit) und Sinterbedingungen (Temperatur, Atmosphäre) erzielt werden. Die Genauigkeitseigenschaften können ebenfalls durch die Modifikation des Pulversystems, insbesondere die chemische Zusammensetzung und durch die Nachbehandlungsschritte kontrolliert werden. So kann Sinterschwund teilweise durch die Ausdehnung während des Homogenisierens der Legierungselemente ausgeglichen werden. Während des Lasersinterns werden die Legierungselemente nicht vollständig homogenisiert. Dafür finden Erwärmungs- und Abkühlungsprozesse in einem zu kurzem Zeitraum statt. Zum Beispiel verbleiben Kupferpartikel nach dem Lasersintern in ungelöster Form. Deshalb bildet sich eine flüssige Phase während der Nachsinterung, die zwischen die Korngrenzen der Eisenpulverteilchen eindringt, sich in Eisen löst und so zu einem Schwelleffekt führt, der den Sinterschwund teilweise oder vollständig ausgleichen kann. Weiterhin ergeben Legierungselemente wie Molybdän und Nickel im gelösten Zustand ebenfalls Schwelleffekte beim Nachsintern. So kann eine Pulvermischung mit Kohlenstoff (Fe-C allein führt durch Porenreduzierung zum Sintern und Schwund), Kupfer und Molybdän und/oder Nickel (diese Elemente ergeben den Schwelleffekt) zur Kompensation der Schwindung durch gleichgroße Ausdehnung verwendet werden. Der zuvor genannte Stahl konnte mit einem linearen Schwund von 0,8 % zu voller Dichte von einer lasergesinterten Dichte von 92 % ausgehend nachverdichtet werden. Durch eine gezielte Wahl der Belichtungsparameter, besonders die Anpassung der Strahlkompensation beim Belichten der Vor- und Nachkontur, kann ebenfalls die Genauigkeit kontrolliert werden.

Das Sintern ist nur eine Methode, um vollkommen dichte Bauteile herzustellen. Materialinfiltration mit Polymeren

(Epoxydharzen) oder Metallinfiltration mit Kupfer, Bronze oder Hartloten kann zum Verschließen von Poren genutzt werden. Jedoch können solche Methoden nur offene Poren verschließen. Mechanische Methoden, die z. B. ein Heissisostatisches Pressen beinhalten, können auch auf geschlossene Poren angewendet werden.

Homogenisierung: Direkt lasergesinterte Bauteile können ein inhomogenes Gefüge aufweisen. Zum Beispiel liegen sogar im System Eisen-Kohlenstoff Ferrit, Perlit und Martensit und angelassener Martenit gleichzeitig vor. Die Existenz von Legierungselementen, wie z. B. Molybdän und Bor, resultieren in der Bildung von Zwischenstufengefüge. Die Mikrohärtigkeit variiert dadurch zwischen Werten von 150 bis 900 HV. Die Inhomogenität steigt, wenn elementares und/oder teilweise vorlegiertes Pulver verwendet wird. Die Bildung und die Segregation von harten Phasen wie z. B. Karbiden, Boriden und Nitriden verringern die mechanischen Eigenschaften, insbesondere die Zähigkeit. Durch eine Homogenisierung, die zusammen mit der Sinterung zur Erhöhung der Dichte durchgeführt werden kann, verbessern sich die Bauteileigenschaften lasergesinteter Strukturen. Die Homogenisierung von Legierungselementen kann ebenfalls bei hohen Temperaturen durch die Bildung einer flüssigen Phase erzielt werden. Das System Fe-0,8 C-0,3 B oder Fe-1,2 C-0,4 P mit Anteilen von Kupfer, Molybdän und Nickel (bis zu 2 %) kann bei ca. 1150 °C durch die Bildung von diffundierenden eutektischen, flüssigen Phasen aus Eisen-Kohlenstoff-Bor bzw. Eisen-Kohlenstoff-Phosphor in einer Verdichtung und gleichzeitig sehr schnell ablaufenden Homogenisierung resultieren. Das Gefüge besteht danach aus feinem, homogenen Bainit mit einem geringen Anteil an erstarrter eutektischer Phase.

Spannungsarmglühen: Erwärmung und Abkühlen der Pulverteilchen im Lasersinterprozess finden in einem sehr kurzen Zeitfenster statt (<50 ms). Dadurch kommt es zur Ansammlung von thermischen Spannungen in bestimmten Bereichen des Bauteils. Wenn der Werkstoff zusätzlich eine Phasenumwandlung erlebt, werden den thermischen Spannungen weitere Eigenspannungen überlagert. Z. B. kann für einen lasergesinterten Stahl mit 1 % C ein 60minütiges Halten bei einer Temperatur von 200 °C die Erhöhung der Biegefestigkeit um 20 % bewirken. Spannungsarmglühen verbessert die Bauteileigenschaften also in erheblichen Maße. Diese Methode kann mit den Schritten a) und b) verbunden werden.

Wärmebehandlung: Diese Nachbehandlung setzt sich zusammen aus der Homogenisierung und dem Spannungsarmglühen.

Abbau innerer Fehlstellen: Thermische Spannungen, die während des Bauprozesses entstehen, verbleiben nach dem Lasersinterprozess als Eigenspannungen im Bauteil. Akkumulierte Eigenspannungen bewirken oftmals eine Rissbildung senkrecht zur Baurichtung. Diese Eigenspannungen müssen besonders in hochbeanspruchten Teilen, wie z. B. Werkzeugen, beseitigt werden. Eine Wärmebehandlung des zuvor genannten Stahls bei einer Temperatur von 1220 °C (20 min) bewirkte eine Verbesserung der Biegefestigkeit um 40 % ohne Änderung der Dichte.

Verbesserung der Oberflächengüte: Die Oberflächengüte kann durch eine Wärmebehandlung positiv beeinflusst werden. Unterschiedliche Methoden werden bisher vorrangig eingesetzt, wie z. B. Strahlen mit verschiedenen Strahlmitteln oder Infiltration. Wird jedoch ein optimierter Sinterzyklus zur Dichtesteigerung angewendet, kann dadurch gleichzeitig die Oberflächengüte verbessert werden. Dabei spielt die Bildung einer diffusiven flüssigen Phase nahe der Oberfläche eine große Rolle. Diese führt zu einem Verschließen der Poren und gleichzeitig zu einer Einebnung der Oberflächenstrukturen. Dieses Merkmal ist bei allen komplexen Bauteilen (Formeinsätze für den Kunststoffspritzguss) vorteilhaft, bei denen andere Verfahren nicht zum gewünschten Resultat führen.

Die technischen Anwendungsgebiete der Erfindung bestehen in der Herstellung metallischer Prototypen (Rapid Prototyping), von Einzelteilen (Direct Parts) oder Werkzeugen (z.B. Formeinsätze für den Kunststoffspritzguss oder Metalldruckguss - Rapid Tooling) mit dem generativen Verfahren Direktes Metall Lasersintern. Aufgrund der sehr guten mechanischen Eigenschaften können solche Teile im Formen- und Werkzeugbau sowie im Maschinen-, Anlagen- und Fahrzeugbau verwendet werden.

Das erfindungsgemäße Verfahren wird anhand der folgenden Beispiele näher beschrieben:

Beispiel 1:

Konventionelle Pulver werden in der gewünschten Legierungszusammensetzung miteinander gemischt, wobei die Pulvereigenschaften so eingestellt werden, dass sie den Anforderungen an das Fertigbauteil oder das Verfahren entsprechen. Es

ist wesentlich, dass ein gutes Fließverhalten bei gleichzeitig hoher Schüttdichte erreicht wird. Die Rolle der Zusatzstoffe besteht in der Einstellung bestimmter mechanischer, physikalischer und chemischer Eigenschaften des fertigen Bauteils. Weiterhin kann die Rolle der Zusatzstoffe in der Erhöhung des Absorptionsvermögens des Eisenpulvers von Laserstrahlen, der Verringerung des Schmelzpunktes des Pulversystems, dem Einsatz niedrigschmelzender Elemente/Legierungen, der Verringerung der Oberflächenspannung und Viskosität sowie der Desoxidation zur Verbesserung der Sinteraktivität zum Erzielen hoher Dichten bestehen. Z. B. bewirkt Kohlenstoff als feiner elementarer Graphit (Pulvergröße 1 - 2 μm) die Erhöhung des Absorptionsvermögens von Eisen-/Stahlpulver und die Verringerung des Schmelzpunktes der Pulvermischung durch eutektische Reaktion und Desoxidation. Kupfer- oder Bronzepulver mit einer Pulvergröße von kleiner 45 μm fungiert als ein niedrigschmelzendes Element bzw. eine niedrigschmelzende Verbindung und verbessert die Sinteraktivität. Phosphor und Bor verringern die Oberflächenspannung und die Viskosität der Schmelze, die während des Lasersinterprozesses entsteht, um durch das Vermeiden der Kugelbildung eine gute Oberflächenqualität zu erzielen. Die Rolle der weiteren Pulverlegierungselemente kann sowohl in der Einstellung gewünschter mechanischer Eigenschaften als auch in der Reaktion mit anderen Elementen zur verstärkten Schmelzebildung (Fe-C-Mo) liegen. Die Pulverelemente Kohlenstoff, Molybdän, Chrom, Mangan, Nickel bewirken die hohen mechanischen Eigenschaften des fertigen Bauteils. Phosphor, Bor, Kupfer und Zinn bewirken eine hohe Sinteraktivität. Durch die Wahl geeigneter Lasersinterparameter kann die Dichte zwischen 70 und 95 % der theoretischen Dichte variiert werden. Eine weitere Dichtesteigerung auf nahezu 100 % wird durch eine Sinterung im Übergangstemperaturbereich Fest-Flüssig erreicht.

Beim direkten Lasersintern der beschriebenen Pulvermischung werden Dichten von 70 - 95 % der theoretischen Dichte erzielt. Die maximale Dichte hängt von der Belichtungsstrategie und der chemischen Zusammensetzung, der Legierungsweise sowie den Eigenschaften (Pulverform, Partikelverteilung, Pulvergröße) der verwendeten Pulvermischung ab: z.B. kann mit den Lasersinterparametern 215 W cw CO₂-Laser mit der Baugeschwindigkeit von 5,4 cm³/h eine Dichte von 92 ± 1 % der theoretischen Dichte für Pulver, bestehend aus (in M.-%): 0,7 - 1 C, 2 - 4 Cu, bis zu 1,5 Mo, bis zu 2 Ni, bis zu 0,4 Sn, 0,15 B, erreicht werden.

Beispiel 2:

Eine Pulvermischung bestehend aus Eisen, 0,8 M.-% C, 0,3 M.-% B wird mit den Lasersinterparametern 215 W CO₂-Laser, 100 mm/s Laserscangeschwindigkeit, 0,3 mm Laserspurbreite bei einer Schichthöhe von 100 µm zu einer Dichte von 80 - 85 % der theoretischen Dichte lasergesintert. Die Bauteilhärte nach dem Lasersintern beträgt ca. 200 HV30. Durch eine Nachsinterung im Temperaturbereich 1200 - 1260 °C (Sinterdauer 10 min - 1 h) wird die Dichte auf 98 % der theoretischen Dichte erhöht. Die Härte bleibt konstant bei 200 HV30.

Beispiel 3:

Eine Pulvermischung bestehend aus Eisen, 0,7 - 1 M.-% C, 2 - 4 M.-% Cu, 1,5 M.-% Mo, 0,15 M.-% B wird mit den Lasersinterparametern 215 W CO₂-Laser, 100 mm/s Laserscangeschwindigkeit, 0,3 mm Laserspurbreite bei einer Schichthöhe von 50 µm zu einer Dichte von 92 +/- 1 % der theoretischen Dichte lasergesintert. Die Bauteilhärte nach dem Lasersintern beträgt ca. 370 HV30. Durch eine Nachsinterung im Temperaturbereich 1200 - 1260 °C (Sinterdauer 10 min - 1 h) wird die Dichte auf 98 % der theoretischen Dichte erhöht. Die Härte verringert sich auf 320 HV30 durch eine langsame Ofenabkühlung.

Beispiel 4:

Eine Pulvermischung bestehend aus Eisen, 1 - 1,2 M.-% C, 2 - 4 M.-% Cu, 0,4 M.-% P wird mit den Lasersinterparametern 215 W CO₂-Laser, 100 mm/s Laserscangeschwindigkeit, 0,3 mm Laserspurbreite bei einer, im Vergleich zum ersten Beispiel, verringerten Schichthöhe von 50 µm zu einer Dichte von 90 +/- 1 % der theoretischen Dichte lasergesintert. Die Bauteilhärte nach dem Lasersintern beträgt ca. 450 HV30. Durch eine Nachsinterung im Temperaturbereich 1200 - 1260 °C (Sinterdauer 10 min - 1 h) wird die Dichte auf 98 % der theoretischen Dichte erhöht. Die Härte sinkt durch eine relativ langsame Ofenabkühlung auf 370 HV30 und garantiert somit sehr gute Zähigkeitseigenschaften.

Beispiel 5:

Eine Eisenpulvermischung mit 0,8 M.-% Kohlenstoff ergibt nach dem Lasersintern Rauheitswerte von R_z 150 µm und R_a 29 µm. Wird der Kohlenstoffanteil auf 1,6 M.-% erhöht, verbessern sich die Rauheitswerte auf R_z 60 µm und R_a 19 µm. Pulvermischungen mit

sehr guten mechanischen Eigenschaften nach dem Lasersintern (siehe Pulvermischung aus dem Beispiel 3) weisen Rauheitswerte von R_z 75 μm und R_a 11 μm auf. Durch eine dem Lasersintern nachfolgende Sinterung kann die Oberflächenqualität weiter verbessert werden. Sie sinken die Rauheitswerte der Pulvermischung Eisen, 0,8 M.-% C und 0,3 M.-% B nach einer Sinterung bei 1260 - 1280 °C, 30 Minuten - 1 Stunde Sinterdauer im Vorvakuum, auf R_z 19,6 μm und R_a 2,6 μm .

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung präziser Bauteile durch Lasersintern eines Pulvermaterials, das aus einer Mischung von mindestens zwei Pulverelementen besteht dadurch gekennzeichnet, dass die Pulvermischung durch den Hauptbestandteil Eisenpulver und weitere Pulverlegierungselemente gebildet ist, die in elementarer, vorlegierter oder teilweise vorlegierter Form vorliegen, und dass im Verlaufe des Lasersinterprozesses aus diesen Pulverelementen eine Pulverlegierung entsteht, und wobei die hergestellten Bauteile folgenden Nachbehandlungsschritten, die einzeln oder in beliebiger Kombination eingesetzt werden, unterzogen werden: Homogenisierung, Spannungsarmglühen, Wärmebehandlung, Abbau innerer Fehlstellen und Verbesserung der Oberflächengüte.
2. Verfahren nach Anspruch 1 dadurch gekennzeichnet, dass folgende, in elementarer, legierter oder vorlegierter Form vorliegende, Pulverelemente jedes für sich oder in beliebiger Kombination dem Eisenpulver zugegeben werden: Kohlenstoff, Silizium, Kupfer, Zinn, Nickel, Molybdän, Mangan, Chrom, Kobalt, Wolfram, Vanadium, Titan, Phosphor, Bor.
3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Pulverelemente jedes für sich oder in beliebiger Kombination in folgenden Mengen zugegeben werden: Kohlenstoff: 0,01-2 M.-%, Silizium: bis zu 1 M.-%, Kupfer: bis zu 10 M.-%, Zinn: bis zu 2 M.-%, Nickel: bis zu 10 M.-%, Molybdän: bis zu 6 M.-%, Mangan: bis zu 2 M.-% oder 10 - 13 M.-%, Chrom: bis zu 5 M.-% oder 12 - 18 M.-%, Kobalt: bis zu 2 M.-%, Wolfram bis zu 5 M.-%, Vanadium: bis zu 1 M.-%, Titan: bis zu 0,5 M.-%, Phosphor: bis zu 1 M.-%, Bor: bis zu 1 M.-%.
4. Verfahren nach einem der vorangegangenen Ansprüche dadurch gekennzeichnet, dass die Pulverelemente in legierter oder vorlegierter Form als Ferrochrom, Ferrobör, Ferrophosphor, Kupferphosphid oder Eisensilizid vorliegen.
5. Verfahren nach einem der vorangegangenen Ansprüche dadurch gekennzeichnet, dass die Pulvermischung aus gasverdünsten Pulvern, Karbonylpulvern, gemalenen Pulvern oder einer Kombination davon besteht.

6. Verfahren nach einem der vorangegangenen Ansprüche dadurch gekennzeichnet, dass die Pulvermischung aus einer Menge von Pulverpartikeln mit einer Größe kleiner $50\mu\text{m}$, bevorzugt zwischen $20 - 30\mu\text{m}$ besteht.

7. Verfahren nach einem der vorangegangenen Ansprüche 1 bis 5 dadurch gekennzeichnet, dass die Pulvermischung aus Partikeln mit einer Größe $50 - \text{max.}100\mu\text{m}$ besteht.

8. Verfahren nach einem der vorangegangenen Ansprüche dadurch gekennzeichnet, dass die Pulvermischung zu 30% aus Partikeln besteht, die kleiner sind als $20\mu\text{m}$ und dass die Restmenge aus Partikeln mit der Größe zwischen 20 und $60\mu\text{m}$ besteht.

9. Verfahren nach einem der vorangegangenen Ansprüche dadurch gekennzeichnet, dass der Hauptbestandteil der Pulvermischung, das Eisenpulver zwischen 5 und 20% der Partikel der Größe kleiner $10\mu\text{m}$ aufweist und dass die Restmenge aus Partikeln der Größe $50 - 60\mu\text{m}$ besteht.

10. Verfahren nach einem der vorangegangenen Ansprüche dadurch gekennzeichnet, dass die Parameter des Lasersintervorganges wie Laserenergie, Lasergeschwindigkeit, Spurbreite und Belichtung, in Abhängigkeit von den gewünschten Eigenschaften des Fertigteiles eingestellt werden.

11. Verfahren nach einem der vorangegangenen Ansprüche dadurch gekennzeichnet, dass der Schritt der Verdichtung als konventionelles Sintern, Infiltration oder isostatisches Verdichten durchgeführt wird.

12. Verfahren nach Anspruch 11 dadurch gekennzeichnet, dass das Sintern als Festkörpersintern oder als Drucksintern durchgeführt wird.

13. Verfahren nach einem der vorangegangenen Ansprüche dadurch gekennzeichnet, dass Spannungsarmglühung in Verbindung mit dem Schritt der Verdichtung und der Homogenisierung durchgeführt wird.

14. Verfahren nach einem der vorangegangenen Ansprüche dadurch gekennzeichnet, dass der Schritt der Wärmebehandlung aus den Schritten Homogenisierung und Spannungsarmglühung besteht.

15. Verfahren nach einem der vorangegangenen Ansprüche dadurch gekennzeichnet, dass der Schritt der Verbesserung der Oberflächengüte durch Strahlen mit verschiedenen Strahlmitteln durch Infiltration oder durch einen optimierten Sinterzyklus durchgeführt wird.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/DE 01/02885

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
IPC 7 B22F3/105

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
IPC 7 B22F

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category °	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	EP 0 764 487 A (ROCKWELL INTERNATIONAL CORP) 26 March 1997 (1997-03-26) column 4, line 25 - line 52; claims 1,8 ---	1-15
P, X	DE 100 07 962 C (WERKZEUGBAU SIEGFRIED HOFMANN) 26 July 2001 (2001-07-26) claims 1,9-16 -----	1-15

☐ Further documents are listed in the continuation of box C.

Patent family members are listed in annex.

° Special categories of cited documents :

- *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- *E* earlier document but published on or after the international filing date
- *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- *T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- *X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- *Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- *G* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

13 December 2001

Date of mailing of the international search report

20/12/2001

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Schruers, H

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/DE 01/02885

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP 0764487	A	26-03-1997	US 5745834 A	28-04-1998
			CA 2178884 A1	20-03-1997
			DE 69605509 D1	13-01-2000
			DE 69605509 T2	06-04-2000
			EP 0764487 A1	26-03-1997
			JP 9111308 A	28-04-1997
DE 10007962	C	26-07-2001	DE 10007962 C1	26-07-2001

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/DE 01/02885

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES
IPK 7 B22F3/105

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)
IPK 7 B22F

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EPO-Internal

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	EP 0 764 487 A (ROCKWELL INTERNATIONAL CORP) 26. März 1997 (1997-03-26) Spalte 4, Zeile 25 - Zeile 52; Ansprüche 1,8	1-15
P,X	DE 100 07 962 C (WERKZEUGBAU SIEGFRIED HOFMANN) 26. Juli 2001 (2001-07-26) Ansprüche 1,9-16	1-15

☐ Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen

☒ Siehe Anhang Patentfamilie

- * Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :
- *A* Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist
- *E* älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist
- *L* Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)
- *O* Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht
- *P* Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

- *T* Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist
- *X* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden
- *Y* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist
- *Z* Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

13. Dezember 2001

Absendedatum des internationalen Recherchenberichts

20/12/2001

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde
Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Schruers, H

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/DE 01/02885

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument		Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
EP 0764487	A	26-03-1997	US 5745834 A	28-04-1998
			CA 2178884 A1	20-03-1997
			DE 69605509 D1	13-01-2000
			DE 69605509 T2	06-04-2000
			EP 0764487 A1	26-03-1997
			JP 9111308 A	28-04-1997
DE 10007962	C	26-07-2001	DE 10007962 C1	26-07-2001